

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2005-041915

(43)Date of publication of application : 17.02.2005

(51)Int.Cl.

C08G 85/00
C08F 6/00
C09K 11/06
H05B 33/14
H05B 33/22

(21)Application number : 2003-200253

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 23.07.2003

(72)Inventor : OZAKI TADAYOSHI
SEKI MIEKO
YONEYAMA HIROTO
OKUDA DAISUKE
HIROSE HIDEKAZU
AGATA TAKESHI
MORIYAMA HIROAKI
ISHII TORU
MASHITA KIYOKAZU
SATO KATSUHIRO

(54) METHOD FOR PURIFYING CHARGE-TRANSPORTING POLYMER MATERIAL, CHARGE-TRANSPORTING POLYMER MATERIAL, AND ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for purifying a charge transporting polymer material suitable for making organic EL elements having sufficient brightness, stable electric characteristics and excellent durability, and the like.

SOLUTION: This method for purifying the charge transporting polymer material, comprising purifying the charge transporting polymer material from a solution of the unpurified charge transporting polymer material in an organic solvent, is characterized by controlling the dielectric constant of the organic solvent to ≤ 6 and including a process for bringing the solution into contact with an oxide containing at least one element selected from the group 1 to 14 elements.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

Searching PAJ

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-41915

(P2005-41915A)

(43) 公開日 平成17年2月17日 (2005. 2. 17)

(51) Int. Cl. ⁷

F I

テーマコード (参考)

C08G 85/00

C08G 85/00

3K007

C08F 6/00

C08F 6/00

4J031

C09K 11/06

C09K 11/06 690

4J100

H05B 33/14

H05B 33/14 B

H05B 33/22

H05B 33/22 D

審査請求 未請求 請求項の数 16 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2003-200253 (P2003-200253)

(22) 出願日 平成15年7月23日 (2003. 7. 23)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳

(74) 代理人 100084995

弁理士 加藤 和洋

(74) 代理人 100085279

弁理士 西元 勝一

(74) 代理人 100099025

弁理士 福田 浩志

(72) 発明者 尾崎 忠義

神奈川県足柄市竹松1600番地 富士
ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、および、有機電界発光素子

(57) 【要約】

【課題】 十分な輝度が得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法を提供すること。

【解決手段】 未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記有機溶媒の誘電率が6以下であり、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含むことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、
前記有機溶媒の誘電率が 6 以下であり、前記溶液を 1 ～ 14 族から選択される少なくとも 1 種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含むことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 2】

前記酸化物が、化学処理されていることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

10

【請求項 3】

前記酸化物が、Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na, K から選ばれた少なくとも 1 種の元素を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 4】

前記酸化物が、酸性白土および活性白土から選択される少なくとも 1 種を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 5】

前記接触工程における前記溶液の温度が、60℃以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 6】

前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1000～500000 の範囲内であることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

20

【請求項 7】

未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製された電荷輸送性高分子材料において、
前記有機溶媒の誘電率が 6 以下であり、前記溶液を 1 ～ 14 族から選択される少なくとも 1 種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製されたことを特徴とする電荷輸送性高分子材料。

【請求項 8】

少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、
前記有機化合物層が、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製するプロセスを少なくとも経て得られた電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、
前記有機溶媒の誘電率が 6 以下であり、前記電荷輸送性高分子材料が、前記溶液を 1 ～ 14 族から選択される少なくとも 1 種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製されたことを特徴とする有機電界発光素子。

30

【請求項 9】

未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、
前記溶液を 1 ～ 14 族から選択される少なくとも 1 種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含み、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも 200℃を超えることを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法。

40

【請求項 10】

前記酸化物が、化学処理されていることを特徴とする請求項 9 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 11】

前記酸化物が、Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na, K から選ばれた少なくとも 1 種の元素を含むことを特徴とする請求項 9 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 12】

50

前記酸化物が、酸性白土および活性白土から選択される少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項9に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項13】

前記有機溶媒の沸点が、200℃より大きいことを特徴とする請求項9に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項14】

前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1000～500000の範囲内であることを特徴とする請求項9に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項15】

未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製された電荷輸送性高分子材料において、

前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製され、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする電荷輸送性高分子材料。

【請求項16】

少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、

前記有機化合物層が、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製するプロセスを少なくとも経て得られた電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、

前記電荷輸送性高分子材料が、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製され、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機電界発光素子（以下、「EL素子」と記述する）等に好適に用いられる電荷輸送性高分子材料の精製方法、この精製方法によって精製処理された電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いたEL素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

EL素子は、自発光性の全固体素子であり、視認性が高く衝撃にも強い、広く応用が期待されている。現在は無機蛍光体を用いたものが主流であるが、200V以上の交流電圧が駆動に必要なため製造コストが高く、また輝度が不十分等の問題点を有している。

一方、有機化合物を用いたEL素子研究は、最初アントラセン等の単結晶を用いて始まったが、単結晶の場合、膜厚が1mm程度と厚く100V以上の駆動電圧が必要であった。そのため蒸着法による薄膜化が試みられている（非特許文献1参照）。しかしながら、この方法で得られた薄膜は、駆動電圧が30Vと未だ高く、また、膜中における電子・正孔キャリアの密度が低く、キャリアの再結合によるフォトン生成確率が低いため十分な輝度が得られなかった。

【0003】

ところが近年、正孔輸送性有機低分子化合物と電子輸送能を持つ蛍光性有機低分子化合物の薄膜を真空蒸着法により順次積層した機能分離型のEL素子において、10V程度の低電圧で1000cd/m²以上の高輝度が得られるものが報告されており（非特許文献2参照）、以来、積層型のEL素子の研究・開発が活発に行われている。

【0004】

しかしながら、このタイプのEL素子では、複数の蒸着工程において0.1μm以下の薄膜を形成していくためピンホールを生じ易く、十分な性能を得るためには厳しく管理された条件下で膜厚の制御を行うことが必要である。従って、生産性が低くかつ大面積化が難しいという問題がある。また、このEL素子は数mA/cm²という高い電流密度で駆動

10

20

30

40

50

されるため、大量のジュール熱を発生する。このため、蒸着によってアモルファスガラス状態で成膜された正孔輸送性低分子化合物や蛍光性有機低分子化合物が次第に結晶化して最後には融解し、輝度の低下や絶縁破壊が生じるという現象が多く見られ、その結果素子の寿命が低下するという問題も有している。

【0005】

例えば、電子輸送材料の場合、2-(4-ピフェニル)-5-(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール(PBO)を初めとするオキサジアゾール誘導体を電子輸送材料として使用することが提案されている(例えば、特許文献1参照)。しかし、このような電子輸送材料を用いて形成された薄膜は結晶化しやすく、電荷輸送・注入特性の面からも充分とはいえない。また、電子輸送材料はオキサジアゾール化合物以外に種類が乏しく、低電圧駆動・高効率化の面からも電荷輸送・注入特性にも優れたさらなる材料の開発が望まれているのが現状である。

10

【0006】

一方、積層型有機EL素子における生産性と大面積化に関する問題の解決を目指し、単層構造のEL素子についても研究・開発が進められ、ポリ(p-フェニレンビニレン)等の導電性高分子を用いた素子(例えば、非特許文献3参照)や、正孔輸送性ポリビニルカルバゾール中に電子輸送材料と蛍光色素を混入した素子(例えば、非特許文献4参照)が提案されているが、未だ輝度、発光効率等が有機低分子化合物を用いた積層型有機EL素子には及ばない。

【0007】

また、EL素子に用いられる材料は電気特性や素子寿命の長期安定性を確保するため、高純度の材料が必要とされている。したがって、EL素子に用いられる材料は合成後に精製工程を経て高純度化されることが必要である。

特に、EL素子に用いられる電荷輸送性高分子材料に関しては、合成時に使用する原料や重合反応に利用する試薬の高純度化や、重合後に得られた未精製状態の電荷輸送性高分子を溶媒洗浄、酸洗浄、アルカリ洗浄等による各種洗浄処理を行ったり、あるいは、これを良溶媒に溶解後、貧溶媒に滴下する再沈処理を繰り返すことによってこの要求を達成しようとしている。

20

しかし、一般に高分子材料の精製は低分子化合物と比較して困難であり、これらの処理により精製された電荷輸送性高分子材料を用いてEL素子を作製しても電気特性を十分に向上させることができない場合があった。またEL素子に使用する電荷輸送性高分子材料では、不純物が極微量含まれていてもEL素子へ与える影響は大きく、EL素子の電気特性や寿命の低下をもたらしていた。

30

【0008】

なお、上記に説明したような溶媒や溶液を用いた精製方法以外にも、例えば、電子製品材料を活性白土と接触させて精製する精製方法が提案されている(特許文献2参照)。しかしながら、この技術では、低分子化合物に関しては具体的な検討が成されているが、高分子化合物に関しては殆ど検討されておらずその効果は不明である。

【0009】

【特許文献1】

特開平7-109454号公報

【特許文献2】

特開2002-14478号公報

【非特許文献1】

Thin Solid Films, Vol. 94, 171 (1982)

【非特許文献2】

Appl. Phys. Lett., Vol. 51, 913 (1987)

【非特許文献3】

Nature, Vol. 357, 477 (1992)

【非特許文献4】

40

50

第38回応用物理学関係連合講演会予稿集 31 p-G-12 (1991)

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、従来の技術の上記問題点に鑑みてなされたものであって、その目的は十分な輝度が得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子に関するものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明者らはEL素子等に好適に用いられる分子量の大きい電荷輸送性高分子材料の精製方法に関して、未精製状態の電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させて溶液とした後、この溶液を酸化物および／または酸化物の化学処理物（以下、両者を「吸着剤」と記述する場合がある）に接触させて精製する際に、有機溶媒の誘電率や、溶液を吸着剤に接触させて精製する際の溶液の温度が重要であることを見出し、以下の本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、

【0012】

<1> 未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記有機溶媒の誘電率が6以下であり、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含むことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0013】

<2> 前記酸化物が、化学処理されていることを特徴とする<1>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0014】

<3> 前記酸化物が、Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na, Kから選ばれた少なくとも1種の元素を含むことを特徴とする<1>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0015】

<4> 前記酸化物が、酸性白土および活性白土から選択される少なくとも1種を含むことを特徴とする<1>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0016】

<5> 前記接触工程における前記溶液の温度が、60℃以上であることを特徴とする<1>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0017】

<6> 前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1000～500000の範囲内であることを特徴とする<1>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0018】

<7> 未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製された電荷輸送性高分子材料において、前記有機溶媒の誘電率が6以下であり、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製されたことを特徴とする電荷輸送性高分子材料である。

【0019】

<8> 少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、前記有機化合物層が、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製するプロセスを少なくとも経て得られた電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、

前記有機溶媒の誘電率が6以下であり、前記電荷輸送性高分子材料が、前記溶液を1～1

4族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製されたことを特徴とする有機電界発光素子である。

【0020】

<9> 未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含み、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0021】

<10> 前記酸化物が、化学処理されていることを特徴とする<9>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。 10

【0022】

<11> 前記酸化物が、Si, Al, Fe, Ca, Mg, Na, Kから選ばれた少なくとも1種の元素を含むことを特徴とする<9>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0023】

<12> 前記酸化物が、酸性白土および活性白土から選択される少なくとも1種を含むことを特徴とする<9>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0024】

<13> 前記有機溶媒の沸点が、200℃より大きいことを特徴とする<9>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。 20

【0025】

<14> 前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1000～500000の範囲内であることを特徴とする<9>に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0026】

<15> 未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製された電荷輸送性高分子材料において、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製され、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする電荷輸送性高分子材料である。 30

【0027】

<16> 少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、前記有機化合物層が、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から精製するプロセスを少なくとも経て得られた電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、前記電荷輸送性高分子材料が、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を少なくとも経て精製され、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする有機電界発光素子である。 40

【0028】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明を、第1の本発明、第2の本発明、並びに、第1および第2の本発明に共通する事項の3つに大きく分けて、順次説明する。

【0029】

(第1の本発明)

第1の本発明の電荷輸送性高分子材料の精製方法は、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記有機溶媒の誘電率が6以下であり、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含むことを特徴とする 50

。

【0030】

このような接触工程を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料は高純度であるため、例えば有機ELに用いた場合には、十分な輝度が得られ、電気特性をより安定化でき、耐久性をより向上させることができる。

【0031】

なお、接触工程以外にも、他の精製方法を組み合わせたり、精製した電荷輸送性高分子材料の取り扱いを容易にする等の目的で他の工程を実施することができ、例えば、接触工程後に、吸着剤をろ過等の手段を用いて分離した後、溶媒を除去して、乾燥状態の電荷輸送性高分子材料を得ることができる。

10

【0032】

また、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解させる有機溶媒の誘電率は6以下であることが必要であり、5以下であることが好ましく、3以下であることが更に好ましい。有機溶媒の誘電率が6を超える場合には、未精製電荷輸送性高分子材料中に含まれる不純物が吸着剤に吸着されにくくなり、十分に精製できない。

【0033】

誘電率が6以下の有機溶媒の具体例としては、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、デカン、ドデカン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、メチルシクロペンタン、トルエン、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン、クメン、メシチレン、テルピノレン、*o*-シメン、*m*-シメン、*p*-シメン、アニソール、エチルトルエン、エチルキシレン、ジオキサン、クロロホルム、クロロベンゼン等が挙げられ、これらを単独又は混合して使用することができる。

20

【0034】

なお、第1の本発明および後述する第2の本発明において「未精製電荷輸送性高分子材料」とは、少なくとも一連の合成プロセスを終えて、最終的に目的とする目的生成物（電荷輸送性高分子材料）が、種々の不純物（例えば、未反応の原料成分や、試薬、副生成物等）と共に含まれている状態のみならず、EL素子等を構成する電荷輸送材料として利用した際に、他の材料と混合されている状態も含む。

【0035】

また、目的生成物を合成する途中の中間体であっても、不純物の発生を殆ど伴うことなく残りの合成プロセスを実施することにより目的生成物が得られるような場合には、このような中間体が、種々の不純物と共に含まれている状態も未精製電荷輸送性高分子材料として扱うことができる。この場合には、中間体の段階で精製し、その後に残りの合成プロセスを実施しても新たに不純物が発生しないため、一連の合成プロセスを経た場合と同様に高純度の電荷輸送性高分子材料を得ることができる。

30

なお、これらの状態の未精製電荷輸送性高分子材料は、本発明の電荷輸送性高分子材料の精製方法による精製処理が施される前に、何らの精製処理が施されていない状態のもののみならず、他の精製方法による精製処理を施された状態のものも勿論含まれる。

【0036】

(第2の本発明)

40

次に、第2の本発明について説明する。第2の本発明の電荷輸送性高分子材料の精製方法は、未精製電荷輸送性高分子材料を有機溶媒に溶解させた溶液から、電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記溶液を1～14族から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物に接触させる接触工程を含み、前記接触工程において前記溶液の温度が少なくとも200℃を超えることを特徴とする。

【0037】

このような接触工程を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料は高純度であるため、例えば有機ELに用いた場合には、十分な輝度が得られ、電気特性をより安定化でき、耐久性をより向上させることができる。

【0038】

50

なお、詳細は後述するが、本発明の精製方法により精製される電荷輸送性高分子材料は、一般的に熱的安定性に優れ、その熱分解温度は350℃前後あるいはそれ以上である。一方、接触工程における吸着剤への不純物の吸着は、温度が高い程促進される。加えて、不純物は、電荷輸送性高分子材料と比較すると相対的に分子量が小さく、熱的に分解しやすかったり、揮発しやすいものが多く含まれている。それ故、温度が高ければ高いほど、不純物の吸着が促進されることによって高純度化できる。

【0039】

このような観点から、接触工程において溶液の温度は少なくとも200℃を超えることが必要である。なお、溶液の温度の上限は特に限定されないが、精製対象となる電荷輸送性高分子材料の熱分解や揮発が起こらない温度であることが好ましい。

10

【0040】

また、第2の本発明に用いられる有機溶媒は特に限定されないが、その誘電率が6以下であることが好ましく、また、沸点が200℃以上であることが好ましい。

【0041】

(第1および第2の本発明に共通する事項)

次に、第1および第2の本発明に共通する事項について主に説明する。

本発明においては、接触工程において、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解させた溶液に接触させる吸着剤として、1～14族(但し、当該族分類は1989年のIUPAC無機化学命名法改訂版に基づく周期律表の分類に基づく)から選択される少なくとも1種の元素を含む酸化物が用いられる。

20

但し、本発明において、1～14族の元素とは、水素および炭素を除く1～14族の元素のいずれかを意味し、酸化物としては、水酸化物のように1～14族および酸素原子以外の元素を含むものも含まれる。

【0042】

酸化物の具体例としては、酸化ケイ素(例えばシリカゲル等)、酸化アルミニウム(例えば、酸性、中性、および塩基性のアルミナ等)、酸化鉄、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化ナトリウム、酸化カリウム等が挙げられ、2種以上の酸化物を混合して用いることもできる。

【0043】

さらに、これらの酸化物は、選択的に物質を吸着させる能力を制御したり、吸着能力(活性)を制御するために、酸処理やアルカリ処理等の化学処理が施されていることが好ましい。

30

【0044】

このような、酸化物や酸化物を化学処理したものからなる吸着剤としては、公知のものが利用できるが、酸性白土(日本活性白土社製 ニッカナイトS-200)、活性白土(和光純薬社製)、モンモリロナイト、ハロイサイト、キョーワード(協和化学社製:主成分としてMgOを含むキョーワード100、主成分として $Al(OH)_3 \cdot xH_2O$ を含むキョーワード200、主成分として $2.5MgO \cdot Al_2O_3 \cdot xH_2O$ を含むキョーワード300、ドーナイト系(主成分: $Al(OH)_3 \cdot NaHCO_3$)のキョーワード400、主成分として $Mg_6Al_2(OH)_{16} \cdot CO_3 \cdot 4H_2O$ を含むキョーワード500、主成分として $2MgO \cdot 6SiO_2 \cdot xH_2O$ を含むキョーワード600、主成分として $Al_2O_3 \cdot 9SiO_2 \cdot H_2O$ を含むキョーワード700、主成分として $Mg_4.5Al_2(OH)_{13} \cdot CO_3 \cdot 3.5H_2O$ を含むキョーワード1000、主成分として $Mg_{0.7}Al_{0.3}O_{1.15}$ を含むキョーワード2000)等が挙げられる。

40

【0045】

また、吸着剤の形状等は特に限定されないが、比表面積が大きいものが好ましく、例えば、多孔質状のものや繊維状のものが利用でき、その形状や、孔径、繊維長さ等は、不純物の吸着効率が高くなるように適宜選択できる。

【0046】

使用する吸着剤の量は特に限定されないが、溶液中に含まれる未精製電荷輸送性高分子材

50

料の100重量部に対して5重量部から200重量部の範囲で使用することができ、好ましくは20重量部から150重量部である。また、使用する吸着剤の種類も、不純物の種類や量に応じて適宜選択することができ、必要に応じて2種類以上の吸着剤を同時に使用することもできる。

【0047】

有機溶媒としては未精製電荷輸送性高分子材料を溶解させることができるものが基本的に用いられるが、第1の本発明においては既述したような誘電率が6以下の有機溶媒が必ず用いられる。また、第2の本発明においては、接触工程で溶液を200℃よりも大きい温度に加熱した際に容易に揮発しない溶媒であることが好ましく、具体的には沸点が200℃よりも大きいことが好ましい。なお、特に好ましくは、誘電率が6以下であり、且つ、沸点が200℃よりも大きい有機溶媒である。

10

このような有機溶媒としては、公知の有機溶媒から、必要に応じて誘電率や沸点等が上記の条件を満たすものを適宜選択することができるが、特に脂肪族及び芳香族の炭化水素類又はハロゲン化炭化水素類が好ましい。

【0048】

なお、誘電率が6以下の有機溶媒の具体例については上記に列挙したものが挙げられるが、沸点が200℃よりも大きい有機溶媒としては、ドデカン、トリデカン、テトラデカン、テトラリン、シクロヘキシルベンゼン、ペンチルベンゼン、ジペンチルベンゼン、ビシクロヘキシル、1, 2, 4-トリクロロベンゼン、1-クロロナフタレン、o-ジブロモベンゼン、1-ノナノール、1-デカノール、1-ウンデカノール、ベンジルアルコール、 α -テルピネオール、m-クレゾール、p-クレゾール、キシレノール、ジヘキシルエーテル、プチルフェニルエーテル、ペンチルフェニルエーテル、ペラトロール、1, 2-ジブトキシエタン、イソホロン、アセトフェノン、 γ -ブチロラクトン、ニトロベンゼンが挙げられ、これらの中でも更に誘電率が6以下であるドデカン、トリデカン、テトラデカン、テトラリン、シクロヘキシルベンゼン、ペンチルベンゼン、ジペンチルベンゼン、ビシクロヘキシル、1, 2, 4-トリクロロベンゼン、1-クロロナフタレンが好ましい。

20

【0049】

接触工程における溶液の温度は、第2の本発明においては既述したように200℃よりも大きいことが必要であるものの、第1の本発明においては特に限定されない。しかしながら、第1の本発明においては、接触工程における溶液の温度は60℃以上であることが好ましい。また、第1および第2の本発明のいずれにおいても、接触工程における溶液の温度は不純物の吸着剤への吸着効率の点から使用する溶剤の沸点温度近傍であることがさらに好ましい。なお、この場合、第2の本発明においては、沸点が200℃よりも大きい有機溶媒が必ず用いられる。

30

【0050】

接触工程において、溶液を吸着剤と接触させる処理時間は、未精製電荷輸送性高分子材料に含まれる不純物濃度により任意に選択できるが、10分から300分の範囲が好ましく、15分から120分の範囲がより好ましい。

【0051】

なお、本発明において、電荷輸送性高分子材料とは、少なくとも電荷輸送機能を有し、その分子量が1000以上であるものを意味する。なお、本発明における電荷輸送性高分子材料の分子量は1000以上であれば特に限定されないが、1000～50万の範囲内が好ましく、5000～20万の範囲内がより好ましく、1万～20万の範囲内が更に好ましい。また、電荷輸送性高分子材料の電荷移動度は少なくとも 10^{-8} cm/Vs以上であり、 10^{-7} cm/Vs以上であることが好ましく、 10^{-6} cm/Vs以上であることがより好ましい。

40

【0052】

このような機能および物性を有する電荷輸送性高分子材料の分子構造は特に限定されないが、ポリエステル誘導体、ポリエーテル誘導体、ポリウレタン誘導体、ポリスチレン誘導体、ポリメタクリル酸（エステル）誘導体、ポリアクリル酸（エステル）樹脂誘導体、ポ

50

リビニルカルバゾール誘導体、ポリカーボネート誘導体、ポリアリーレン誘導体、ポリウレタン誘導体、ポリエーテル誘導体、ポリスチレン誘導体、ポリエチレン誘導体、ポリアリーレンビニレン誘導体等が好ましい。

【0053】

また、本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料は、特に有機EL素子に好適に用いられるものであるが、勿論、電荷輸送性を有する材料を用いて作製されるものであれば有機材料を利用したトランジスタ等、他の有機電子デバイス等にも利用することができる。以下に、本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料の用途の具体例として、有機電界発光素子を例に説明する。

10

【0054】

本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子の構成は特に限定されるものではないが、以下のような構成を有していることが好ましい。すなわち、本発明の有機EL素子は、少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含むものであることが好ましい。この際、この有機化合物層に本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料が含まれる。

【0055】

本発明の有機EL素子において、有機化合物層が一つの場合は、有機化合物層は電荷輸送能を持つ発光層を意味する。また、有機化合物層が複数の場合は、その一つが発光層であり、他の有機化合物層は、電荷輸送層、すなわち、正孔輸送層、電子輸送層、或いは正孔輸送層と電子輸送層よりなるものを意味し、これらの少なくとも一層が精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなる。

20

【0056】

具体的には、例えば、少なくとも発光層及び電子輸送層から構成、少なくとも正孔輸送層、発光層及び電子輸送層から構成、あるいは、少なくとも正孔輸送層、発光層から構成され、これらの少なくとも一層に精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなるものが挙げられる。さらに、例えば、有機化合物層が発光層のみから構成されてなり、この発光層に精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなるものも挙げられる。

【0057】

有機化合物層が一つの場合、電荷輸送能を持つ発光層は目的に応じて機能（正孔輸送能、あるいは電子輸送能）が付与された電荷輸送材料に対して発光材料を50重量%以下分散させた有機化合物層であり、有機EL素子に注入される正孔と電子とのバランスを調節するために、電子輸送性化合物を1重量%ないし30重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。

30

【0058】

発光層には、固体状態で高い蛍光量子収率を示す化合物が発光材料として用いられる。発光材料が有機低分子の場合、真空蒸着法もしくは低分子と結着樹脂を含む溶液または分散液を塗布・乾燥することにより良好な薄膜形成が可能であることが条件である。また、高分子の場合、それ自身を含む溶液または分散液を塗布・乾燥することにより良好な薄膜形成が可能であることが条件である。

40

【0059】

好適には、有機低分子の場合、キレート型有機金属錯体、多核または縮合芳香環化合物、ペリレン誘導体、クマリン誘導体、スチリルアリーレン誘導体、シロール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサチアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体等が、高分子の場合、ポリパラフェニレン誘導体、ポリパラフェニレンビニレン誘導体、ポリチオフェン誘導体、ポリアセチレン誘導体等が挙げられる。

【0060】

また、有機EL素子の耐久性向上或いは発光効率の向上を目的として、上記の発光材料中にゲスト材料として発光材料と異なる色素化合物をドーピングしてもよい。真空蒸着によ

50

って発光層を形成する場合、共蒸着によってドーピングを行い、溶液または分散液を塗布・乾燥することで発光層を形成する場合、溶液または分散液中に混合することでドーピングを行う。発光層中における色素化合物のドーピングの割合としては0.001重量%～40重量%程度、好ましくは0.01重量%～10重量%程度である。このようなドーピングに用いられる色素化合物としては、発光材料との相容性が良く、かつ発光層の良好な薄膜形成を妨げない有機化合物が用いられ、好適にはDCM誘導体、キナクリドン誘導体、ルブレン誘導体、ポルフィリン系化合物等が挙げられる。

【0061】

正孔輸送材料は目的に応じて機能（正孔輸送能）が付与された電荷輸送化合物単独で形成されていてもよいが、電気的特性をさらに改善する等の目的で、正孔移動度を調節するために電荷輸送性高分子以外の特定の有機低分子化合物を0.1重量%ないし50重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。この場合の有機低分子化合物としては、好適にはテトラフェニレンジアミン誘導体、トリフェニルアミン誘導体、カルバゾール誘導体、スチルベン誘導体、アリールヒドラゾン誘導体、ポルフィリン系化合物等が挙げられる。電子輸送材料としては、電荷輸送性材料と強い電子相互作用を示さない有機化合物が用いられる。また、発光材料と異なる色素化合物をドーピングしてもよい。

【0062】

さらに、成膜性の向上のため、他の汎用の樹脂等との混合でもよい。具体的な樹脂としては、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、セルロース樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、スチレンブタジエン共重合体、塩化ビニルデン-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合体、シリコン樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール樹脂、ポリシラン樹脂、ポリチオフェン、ポリピロール等の導電性樹脂等を用いることができる。また、添加剤としては、公知の酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤等を用いることができる。

【0063】

有機化合物層が複数の場合、正孔輸送層は目的に応じて機能（正孔輸送能）が付与された電荷輸送化合物単独で形成されていてもよいが、電気的特性をさらに改善する等の目的で、正孔移動度を調節するために電荷輸送性高分子以外の前述の有機低分子化合物を0.1重量%ないし50重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。さらに、成膜性の向上のため、他の汎用の樹脂等との混合でもよい。具体例としては前述のとおりである。

【0064】

これら本発明の有機EL素子は、まず透明電極の上に各有機EL素子の層構成に応じて、正孔輸送層或いは発光層を形成する。正孔輸送層および発光層は、それぞれ、正孔輸送材料、発光材料を真空蒸着法、もしくは有機溶媒中に溶解或いは分散し、得られた塗布液を用いて前記透明電極上にスピンコーティング法、ディップ法等を用いて成膜することにより形成する。

【0065】

形成される正孔輸送層、発光層および電子輸送層の膜厚は、各々0.1 μ m以下、特に0.03～0.08 μ mの範囲であることが好ましい。また、キャリア輸送能を持つ発光層の膜厚は、0.03～0.2 μ m程度が好ましい。正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の分散状態は分子分散状態でも微粒子分散状態でも構わない。塗布液を用いた成膜法の場合、分子分散状態とするためには、分散溶媒は正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の共通溶媒を用いる必要があり、微粒子分散状態とするために分散溶媒は正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の分散性および溶解性を考慮して選択する必要がある。微粒子状に分散するためには、ボールミル、サンドミル、ペイントシェイカー、アトライター、ボールミル、ホモジェナイザー、超音波法等が利用できる。

【0066】

本発明の有機EL素子は、一対の電極間に、例えば、4～20Vで、電流密度1～200mA/cm²の直流電圧を印加することによって発光させることができる。

【0067】

【実施例】

以下、実施例によって本発明を説明する。ただし、これら各実施例は本発明を制限するものではない。

【0068】

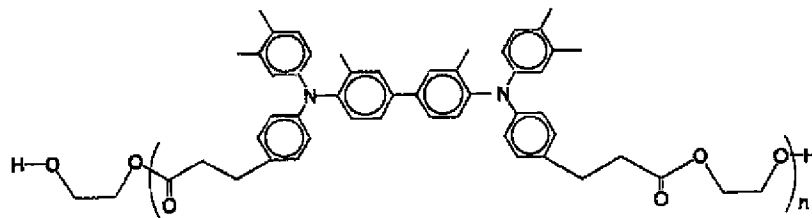
(実施例1)

—未精製電荷輸送性高分子材料〔例示化合物(1)〕の合成—

N, N'-ビス(3, 4-ジメチルフェニル)-N, N'-ビス[4-(2-メトキシカルボニルエチル)フェニル]-(1, 1'-ビフェニル)-4, 4'-ジアミン(化合物1) 2部、エチレングリコール8部およびテトラブトキシチタン0.1部を50mlのフラスコに入れ、窒素気流下、200℃で4時間加熱撹拌した。N, N'-ビス(3, 4-ジメチルフェニル)-N, N'-ビス[4-(2-メトキシカルボニルエチル)フェニル]-(1, 1'-ビフェニル)-4, 4'-ジアミンが消費されたことを確認した後、0.5mmHgに減圧してエチレングリコールを留去しながら230℃に加熱し、5時間反応を続けた。その後、室温まで冷却し、トルエン50部に溶解し、不溶物を0.5μmのポリテトラフルオロエチレン(PTFE)フィルターにてろ過した。得られたろ液をメタノール1000mlの撹拌した中に滴下してポリマーを析出させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.8部の未精製状態の正孔輸送性ポリエステル(例示化合物(1))を得た。GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィ)にて測定した重量平均分子量(Mw)は 1.15×10^5 (スチレン換算)だった。

【0069】

【化1】



例示化合物(1)

【0070】

—精製—

得られた未精製状態の正孔輸送性ポリエステル1部をトルエン(誘電率=2.24、沸点=110℃)100部に溶解させ、酸性白土(日本活性白土社製 ニッカナイトS-200)0.5部を加えて30分間還流温度で加熱撹拌した。その後、ろ過により酸性白土を分離したトルエン溶液をメタノール中に滴下して析出したポリマーをろ過により分離し、乾燥後、精製ポリマー(1)を0.9部得た。この精製ポリマー(1)を用いて以下のよう

【0071】

—有機EL素子の作製—

エッチングにより2mm幅の短冊型に形成されたITO電極付きガラス基板を2-プロパノール(電子工業用、関東化学製)で超音波洗浄した後、乾燥させた。この基板のITO電極が形成された側の面に精製ポリマー(1)を5重量%の割合でジクロロエタンに溶解し、目開き0.1μmのポリテトラフルオロエチレン(PTFE)フィルターで濾過して得られた溶液をディップ法により塗布して膜厚0.050μmの正孔輸送層を形成した。十分に乾燥させた後、発光材料として昇華精製したAlq3(トリス(8-キノリノレート)アルミニウム)をタングステンボートに入れ、真空蒸着法により蒸着して正孔輸送層

上に膜厚 $0.05 \mu\text{m}$ の発光層を形成した。このときの真空度は 10^{-5} Torr 、ポート温度は 300°C だった。続いて $\text{Mg}-\text{Ag}$ 合金を共蒸着により蒸着して 2 mm 幅、 $0.15 \mu\text{m}$ 厚の背面電極をITO電極と交差するように形成した。形成された有機EL素子の有効面積は 0.04 cm^2 であった。

【0072】

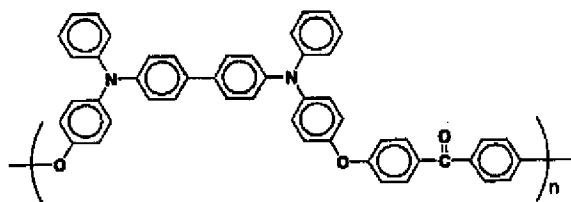
(実施例2)

定法により合成した未精製状態の例示化合物(2)を得た。この例示化合物(2)の重量平均分子量(Mw)は 5.01×10^4 (スチレン換算)だった。

次に、この未精製状態の例示化合物(2)2部をトルエン100部に溶解させた後、活性白土(和光純薬社製)1部を加えて30分間還流温度で加熱攪拌した。その後、トルエン溶液をろ過することにより活性白土を分離し、得られたろ液をメタノール1000部の攪拌した中に滴下してポリマーを析出させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.8部の精製ポリマー(2)を得た。その後、この精製ポリマー(2)を用いて実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

【0073】

【化2】



例示化合物(2)

【0074】

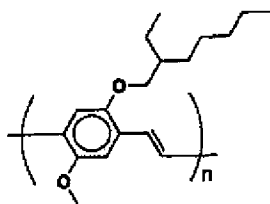
(実施例3)

定法により合成した未精製状態の例示化合物(3)を得た。この例示化合物(3)の重量平均分子量(Mw)は 3.90×10^4 (スチレン換算)だった。

次に、この未精製状態の例示化合物(3)2gをp-キシレン(誘電率=2.27、沸点=138℃)100mlに溶解させた後、活性白土(和光純薬社製)1gを加えて30分間還流温度で加熱攪拌した。その後、p-キシレン溶液をろ過することにより活性白土を分離し、得られたろ液をメタノール1000mlの攪拌した中に滴下してポリマーを析出させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.7gの精製ポリマー(3)を得た。

【0075】

【化3】



例示化合物 (3)

次に、エッチングにより 2 mm 幅の短冊型に形成された ITO 電極付きガラス基板を 2-プロパノール（電子工業用、関東化学製）で超音波洗浄した後、乾燥させた。この基板の ITO 電極が形成された側の面に PEDOT（ポリエチレンジオキシチオフェン）を 5 重量%の割合でジクロロエタンに溶解し、0.1 μm のポリテトラフルオロエチレン（PTFE）フィルターで濾過して得られた溶液をスピンコート法により膜厚 0.050 μm の正孔輸送層を形成した。

十分に乾燥させた後、精製ポリマー（３）を同様の操作により成膜し、膜厚 $0.050\mu\text{m}$ の発光層を形成した。十分に乾燥させた後、 Ca を $0.050\mu\text{m}$ 、 Al を $0.10\mu\text{m}$ の順に蒸着して 2mm 幅、 $0.15\mu\text{m}$ 厚の背面電極を ITO 電極と交差するように形成した。形成された有機 EL 素子の有効面積は 0.04cm^2 であった。

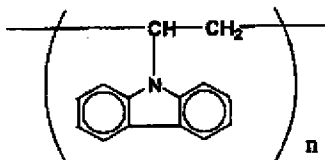
(实施例 4)

定法により合成した未精製状態の例示化合物(4)を得た。この例示化合物(4)の重量平均分子量(Mw)は 6.30×10^4 (スチレン換算)だった。

次に、この未精製状態の例示化合物（４）２ｇをトルエン１００ｍｌに溶解させた後、活性白土（和光純薬社製）１ｇを加えて３０分間還流温度で加熱攪拌した。ろ過により活性白土を分離し、得られたろ液をメタノール１０００ｍｌの攪拌した中に滴下してポリマーを析出させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、１．６ｇの精製ポリマー（４）を得た。この精製ポリマー（４）を用いて実施例１と同様にして有機ＥＬ素子を作製した。

【 0 0 7 8 】

【化 4】



例示化合物 (4)

(比較例 1)

未精製状態の例示化合物（２）を酸性白土と接触させる処理を行わなかった以外は実施例 50

2と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0080】

(比較例2)

未精製状態の例示化合物(3)を活性白土と接触させる処理を行わなかった以外は実施例3と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0081】

(比較例3)

未精製状態の例示化合物(4)を活性白土と接触させる処理を行わなかった以外は実施例4と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0082】

(実施例5)

活性白土の代わりにキョーワード1000(協和化学社製)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0083】

(実施例6)

活性白土の代わりにシリカゲル(和光純薬社製 ワコーゲル C-200)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0084】

(実施例7)

活性白土の代わりに酸性アルミナ(ICN社製)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0085】

(比較例4)

活性白土の代わりに活性炭(和光純薬社製 ノーリットSX-II)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0086】

(実施例8)

実施例1で得られた精製ポリマー(1)を1重量部と、発光材料としてAlq3を1重量部とを混合し、ジクロロエタンを添加して10重量%ジクロロエタン溶液を調整し、目開き0.1μmのPTFEフィルターで濾過した。この溶液を用いて、2mm幅の短冊型ITO電極をエッチングにより形成したガラス基板上に、スピンコーター法により塗布して膜厚0.15μmのキャリア輸送能を持つ発光層を形成した。十分に乾燥させた後、Mg-Ag合金を共蒸着により蒸着して、2mm幅、0.15μm厚の背面電極をITO電極と交差するように形成した。形成された有機EL素子の有効面積は0.04cm²であった。

【0087】

(実施例9)

実施例1で得られた精製ポリマー(1)を2重量部と、発光材料としてAlq3を0.1重量部と、電子輸送材料としてPBD(2-(4-ビフェニル)-5-フェニルー1,3,4-オキサジアゾール)を1重量部とを混合して10重量%ジクロロエタン溶液を調製し、目開き0.1μmのPTFEフィルターでろ過した。このろ液を用いて、洗浄後乾燥させた2mm幅の短冊型ITO電極をエッチングにより形成したガラス基板のITO電極側の面にディップ法により塗布して膜厚0.15μmのキャリア輸送能を持つ発光層を形成した。十分に乾燥させた後、Mg-Ag合金を共蒸着により蒸着して、2mm幅、0.15μm厚の背面電極をITO電極と交差するように形成した。形成された有機EL素子の有効面積は0.04cm²であった。

【0088】

(実施例10)

有機溶媒としてクロロベンゼン(誘電率=5.65、沸点=131.7℃)を用いた以外は、実施例9と同様にして有機EL素子を作製した。

10

20

30

40

50

【0089】

(比較例5)

有機溶媒としてトルエンの代わりにTHF (誘電率=7.58、沸点=66℃)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0090】

(比較例6)

有機溶媒としてトルエンの代わりにジクロロメタン (誘電率=9.1、沸点=40℃)を用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0091】

(実施例11)

有機溶媒としてテトラリン (誘電率=2.73、沸点=207.7℃)を用いた以外は、実施例9と同様にして有機EL素子を作製した。

10

【0092】

以上のように作製した有機EL素子を、真空中 (10^{-3} Torr) でITO電極側をプラス、Mg-Ag背面電極をマイナスとして直流電圧を印加し、発光について測定を行い、このときの最高輝度、および発光色を評価した。それらの結果を表1に示す。また、乾燥窒素中で有機EL素子の発光寿命の測定を行った。発光寿命の評価は、初期輝度が 50 cd/m^2 となるように電流値を設定し、定電流駆動により輝度が初期値から半減するまでの時間を素子寿命 (hour) とした。この時の駆動電流密度を素子寿命と共に表1に示す。

20

【0093】

【表1】

| | 有機溶媒の 誘電率 | 接触工程に おける溶液 の温度(℃) | 吸着剤 | 最高輝度 (cd/m ²) | 発光色 | 駆動電流密度 (mA/cm ²) | 素子寿命 (hour) |
|--------|--------------|--------------------------|----------------|------------------------------|-----|---------------------------------|----------------|
| 実施例 1 | 2.24 | 110 | 酸性白土 | 950 | 緑 | 6.8 | 55 |
| 実施例 2 | 2.24 | 110 | 活性白土 | 920 | 緑 | 7.1 | 50 |
| 実施例 3 | 2.27 | 138 | 活性白土 | 830 | 緑 | 7.3 | 40 |
| 実施例 4 | 2.24 | 110 | 活性白土 | 840 | 緑 | 6.5 | 45 |
| 実施例 5 | 2.24 | 110 | キョーワード 1000 | 920 | 緑 | 6.8 | 48 |
| 実施例 6 | 2.24 | 110 | シリカゲル | 910 | 緑 | 6.9 | 46 |
| 実施例 7 | 2.24 | 110 | 酸性アルミナ | 890 | 緑 | 6.5 | 47 |
| 実施例 8 | 2.24 | 110 | 酸性白土 | 840 | 緑 | 7.2 | 42 |
| 実施例 9 | 2.24 | 110 | 酸性白土 | 890 | 緑 | 7.2 | 43 |
| 実施例 10 | 5.65 | 131 | 酸性白土 | 930 | 緑 | 6.9 | 49 |
| 実施例 11 | 2.73 | 207 | 酸性白土 | 950 | 緑 | 6.8 | 52 |
| 比較例 1 | 2.24 | 110 | — | 650 | 緑 | 9.8 | 13 |
| 比較例 2 | 2.27 | 138 | — | 630 | 緑 | 9.5 | 17 |
| 比較例 3 | 2.24 | 110 | — | 630 | 緑 | 8.7 | 18 |
| 比較例 4 | 2.24 | 110 | 活性炭 | 590 | 緑 | 9.8 | 18 |
| 比較例 5 | 7.58 | 66 | 酸性白土 | 650 | 緑 | 9.8 | 25 |
| 比較例 6 | 9.1 | 40 | 酸性白土 | 650 | 緑 | 9.8 | 19 |

【0094】

【発明の効果】

以上に説明したように、本発明によれば、十分な輝度が得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子を提供することができる。

10

20

30

40

フロントページの続き

- (72)発明者 関 三枝子
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 米山 博人
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 奥田 大輔
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 廣瀬 英一
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 阿形 岳
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 森山 弘朗
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 石井 徹
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 真下 清和
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 佐藤 克洋
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

F ターム (参考) 3K007 AB02 AB05 AB11 DB03 FA01

4J031 CC02 CC03 CC04 CC06

4J100 AB01P AB07P AR09P BC65P DA55 DA56 GA02 GB12 GC35 JA43

JA45